

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A
2
E
23

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS TE NAALDWIJK

De bepaling van formaldehyde in waterig milieu

C.W. van Elderen

Naaldwijk, december 1986

Intern verslagnr. 72

BIBLIOTHEEK
PROEFSTATION VOOR TUINBOUW
ONDER GLAS TE NAALDWIJK

2217356

Inhoud

	<u>pagina</u>
1. Inleiding	1
2. Onderzoek	1
2.1. Principe van de bepaling	1
2.2. Aard van de storing	1
2.3. Invloed nitraat op de bepaling	2
2.4. Schatting van nitraat ten behoeve van formaldehydebepaling	3
2.5. Invloed bewaartijd op de formalde- hydeconcentratie	4
3. Samenvatting en conclusie	5
4. Literatuur	6

Figuren 1 t/m 5

Bijlagen 1 t/m 4

1. Inleiding

Formaldehyde is in de glastuinbouw geen onbekende verbinding. Het wordt bewust aangewend voor ontsmetting en reiniging. In het teeltmedium steenwol kan formaldehyde voor komen als restant van de reactiecomponenten bij de fabrikage. Dit is in een eerder onderzoek aangetoond door Van Elderen (1985). Het is ook voorgekomen dat bassinwater, door het niet tijdig afsluiten van de condensgoten, na het reinigen van het kasdek aan de binnenzijde, verontreinigd werd verontreinigd te zijn met formaldehyde. De mate waarin formaldehyde giftig is voor de plant, is een onderwerp van tuinbouwkundig onderzoek, waarbij er een planttoets met verschillende concentraties is aangelegd. De behoefte aan analysering van het formaldehydegehalte in voedingsoplossing was hierbij aanwezig. Getracht is hierbij opnieuw de spektrofotometrische methode met behulp van chromotroopzuur te gebruiken, die bij eerder onderzoek gebleken is aan storing onderhevig te zijn in voedingsoplossingen, maar vrijwel niet in 'schoon water'.

In dit verslag zijn de ervaringen vermeld van het onderzoek dat is ingesteld naar de aard van deze storing en de mogelijkheden tot opheffing.

2. Onderzoek

2.1. Principe van de bepaling

Voor de bepaling van formaldehyde in water is eerder gekozen voor de chromotroopzuurmethode (Weiss, 1970). Deze methode berust op de reactie van formaldehyde met chromotroopzuur (1,8-dihydroxynapthalene-3,6-disulfonzuur) bij verwarming (100°C waterbad) in geconcentreerd zwavelzuur milieu. Het hierbij ontstane paars gekleurde complex is enkele uren stabiel. De kleurintensiteit wordt spektrofotometrisch gemeten bij golflengte $\lambda = 562 \text{ nm}$ waarbij het complex maximale absorptie vertoont. Deze methode is specifiek voor formaldehyde en geeft geen reactie met alifatische of aromatische aldehyden (Keijzer, 1980). In bijlage 1 is de te verbeteren methode gegeven.

2.2. Aard van de storing

De bepaling wordt gestoord door het ontstaan van een donker oranje-gele kleuring. Bij verdunning van de oplossingen met ged. H_2O bleek de intensiteit van deze kleuring af te nemen (bijlage 2). Hieruit kan gekonkludeerd worden dat de storende component eveneens een reactie met chromotroopzuur vertoont. Ten einde snel een indruk te krijgen om welke component het gaat, is uitgegaan van twee geconcentreerde moederoplossingen (A en B), na 100-voudige verdunning wordt de in de praktijk toegepaste concentratie verkregen. Van deze oplossingen is de globale samenstelling bekend. Na verdere verdunning, 5-voudig met ged. H_2O , is standaardadditie toegepast. De toegevoegde concentraties formaldehyde waren respectievelijk 0 - 0,4 - 0,8 - 2,0 - 4,0 mg per liter.

Tevens is ditzelfde experiment uitgevoerd na toevoeging van een extra 'kop' van 2 mg formaldehyde per liter aan standaarden en monsters, hierbij is de blanco van de standaardreeks als nulpunt gekozen (zie tabel 1 en figuur 1).

additie mg CH ₂ O/l	Stand.opl. abs.	A abs.	A* abs.	B abs.	B* abs.
0,0	0,000	0,046	-0,035	0,035	-0,024
0,4	0,043	0,068	-0,005	0,066	0,021
0,8	0,085	0,099	0,033	0,103	0,067
2,0	0,212	0,188	0,152	0,222	0,191
4,0	0,425	0,371	0,335	0,445	0,472

Tabel 1. Meetresultaten van de A- en B-oplossingen na standaardadditie. De standaardoplossingen, A* en B* geven de resultaten met 'kop' van 2 mg CH₂O/l.

Uit bovenstaande resultaten blijkt dat in beide oplossingen een storing optreedt, in oplossing B echter in mindere mate dan in oplossing A. De enige component die in beide oplossingen voor komt, is nitraat. Oplossing A bevat 715 mg NO₃/l en oplossing B bevat 457 mg NO₃/l. Uit deze gegevens kan afgeleid worden dat de storende component nitraat moet zijn. Deze conclusie stemt tevens overeen met de theoretische mogelijkheid van een reactie tussen nitraat en chromotroopzuur in sterk zwavelzuur milieu.

2.3. Invloed nitraat op de bepaling

De invloed van nitraat op de bepaling is nagegaan door aan formaldehyde-standaardreeksen een steeds grotere hoeveelheid nitraat toe te voegen, waarbij telkens de blanco als nulpunt is gekozen. Bij de keuze van de nitraatconcentraties is uitgegaan van een 5-voudige verdunning van de voedingsoplossingen, omdat bij onverdunde oplossingen de verkleuring te sterk is (bijlage 3).

St. reeks mg CH ₂ O/l	mg nitraat toegevoegd per liter					
	0	10	25	50	100	200
0,0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,5	0,048	0,055	0,046	0,046	0,027	0,019
1,0	0,107	0,119	0,109	0,098	0,064	0,042
2,5	0,286	0,299	0,306	0,278	0,187	0,121
5,0	0,567	0,578	0,614	0,593	0,419	0,275
7,5	0,880	0,896	0,894	0,877	0,718	0,455

Tabel 2. Invloed nitraattoevoeging op de absorptie van de formaldehydestandaardreeks.

Bovenstaande waarnemingen zijn tevens uitgezet in de figuren 2 en 3. Figuur 2 geeft de invloed van de nitraatconcentratie op de vorm van de standaardkurve weer. De invloed blijkt bij gehalten tot 50 mg NO_3/l nauwelijks merkbaar en is derhalve niet ingetekend. Bij hogere gehalten neemt de invloed aanmerkelijk toe, wat resulteert in vermindering van absorptie en een niet-lineaire ijkcurve. Figuur 3 geeft de invloed van de nitraatconcentratie op de afzonderlijke formaldehyde-standaarden weer. Bij gehalten tussen de 0 en 50 mg NO_3/l blijkt een kleine toename van de absorptie plaats te vinden, terwijl bij gehalten boven de 50 mg NO_3/l een sterke afname van de absorptie plaatsvindt. Een aannemelijke verklaring voor deze wisselwerking is niet aan te geven. Wanneer bovenstaande resultaten uitgedrukt worden in concentraties blijkt de procentuele afwijking, ten opzichte van de standaarden waaraan geen nitraat is toegevoegd, voor 0-50 mg NO_3 per liter maximaal + 4% te bedragen. De afwijking voor de standaarden waaraan 100 en 200 mg NO_3 per liter is toegevoegd, blijkt respectievelijk -25 en -50% te bedragen. Hieruit volgt dat voor de bepaling van formaldehyde in voedingsoplossingen het nitraatgehalte bekend moet zijn. Maskering van nitraat door de toevoeging van een reductiemiddel (bijv. hydrazine) is niet mogelijk omdat een dergelijk reagens onmiddellijk een reactie met formaldehyde geeft. Door toepassing van verschillende verdunningen en door additie van nitraat aan de standaardreeks in zodanige mate dat gelijke concentraties aan nitraat in monsters en in standaarden wordt bereikt, kan toch een redelijke indicatie omtrent het formaldehydegehalte verkregen worden. Dat deze methode verre van optimaal is, zal duidelijk zijn. Wellicht zal er een geheel andere techniek, zoals HPLC of GC, in voorkomende gevallen toegepast moeten worden.

2.4. Schatting van nitraat ten behoeve van formaldehydebepaling

Ten einde snel een indruk te verkrijgen van het nitraatgehalte behoeft niet noodzakelijkerwijs gebruik te worden gemaakt van de nauwkeurige bepalingsmethode volgens CF.

Nagegaan is of de reactie van nitraat met chromotroopzuur, waarbij een geel gekleurd complex gevormd wordt, de mogelijkheid tot directe nitraatbepaling biedt. Het gevormde complex blijkt maximale absorptie te vertonen bij een golflengte van 371 nm (bijlage 3). Bij deze golflengte is een lineair verband gevonden tussen de concentratie en absorptie tot ongeveer 100 mg NO_3 per liter, bij hogere concentraties ontstaat een kleine afwijking. Tevens is de invloed van de formaldehyde-concentratie op de nitraatstandaarden bij deze golflengte nagegaan.

St. reeks mg CH ₂ O/l	mg formaldehyde toegevoegd/l					
	0	0,5	1,0	2,5	5,0	7,5
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
10	0,073	0,070	0,069	0,076	0,067	0,062
25	0,244	0,232	0,221	0,206	0,200	0,176
50	0,529	0,512	0,508	0,468	0,427	0,387
100	0,974	1,000	0,995	0,963	0,908	0,822
200	1,746	1,736	1,726	1,655	1,555	1,425

Tabel 3. Invloed formaldehyde op de absorptie van de nitraatstandaardreeks bij $\lambda = 371$ nm.

Figuur 4 geeft de invloed van formaldehyde op de standaardkurve weer en figuur 5 geeft de invloed van formaldehyde op de afzonderlijke nitraatstandaarden weer. Uit de resultaten blijkt, dat de nitraat bepaling bij 371-nm op analoge wijze storing ondervindt van formaldehyde. De optredende storing is echter aanmerkelijk minder dan bij formaldehyde, wat waarschijnlijk het gevolg is van de gunstiger concentratieverhouding tussen de te bepalen component en de storende component.

Bepaling van de nitraatconcentratie in een voedingsoplossing volgens deze methode en met behulp van de continuous-flow methode, gaf respectievelijk 1080 mg NO₃ per liter en 1140 mg NO₃ per liter. Hieruit volgt dat deze methode voldoende betrouwbaar lijkt voor de schatting van het nitraatgehalte ten behoeve van de formaldehydebepaling.

2.5. Invloed bewaartijd op de formaldehydeconcentratie

Het verloop van het formaldehydegehalte bij kamertemperatuur in voedingsoplossingen is nagegaan voor 4 verschillende concentraties, volgens het voorschrift (bijlage 1). De concentraties waren respectievelijk 10-50-100-200 mg formaldehyde per liter. De resultaten zijn opgegeven in tabel 4, waarin tevens de toegepaste verdunning en het nitraatgehalte is vermeld.

CH ₂ O mg/l	verd. faktor	NO ₃ mg/l	direkt	bewaartijd (uur)				
				4	28	52	76	100
10	5	220	6	6	6	2	-	-
50	12,5	88	45	45	45	22	5	-
100	25	44	105	105	105	104	74	38
200	50	22	213	212	213	208	196	186

Tabel 4. Invloed bewaartijd op het formaldehydegehalte in voedingsoplossingen, de resultaten staan uitgedrukt in mg CH₂O/l.

De formaldehydeconcentratie blijft meer dan een dag stabiel. Daarna begint de concentratie af te nemen. De afname lijkt afhankelijk te zijn van de toegevoegde beginconcentratie. De laagste toevoegingen (10 en 50 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$) zijn na 2 dagen reeds gehalveerd, terwijl de hogere concentraties nog vrijwel op het beginniveau liggen. Na 3 dagen loopt ook voor de hogere concentraties het niveau snel terug. Een mogelijke verklaring is de vorming van organisch materiaal (algengroei) in de oplossingen, naarmate de formaldehydeconcentratie hoger is, wordt de groei geremd. De teruggevonden gehalten formaldehyde (bij direkte bepaling) blijken afhankelijk te zijn van het nitraatgehalte waarbij de procentuele afwijking redelijk overeen komt met de onder 2.3. gevonden waarden.

3. Samenvatting en conclusie

De bepaling van formaldehyde met behulp van chromotroopzuur wordt gestoord door aanwezigheid van nitraat. Het effect van de storing is afhankelijk van de nitraatconcentratie. Voor nitraatconcentraties van 0-50 mg/l is een verhoging van het formaldehydegehalte van maximaal 5% gevonden. Dit in tegenstelling voor nitraatconcentraties van 100 en 200 mg/l waarbij verlaging van het formaldehydegehalte met respectievelijk 25% en 50% is geconstateerd. Gezien de concentratie-afhankelijkheid van zowel nitraat als formaldehyde is een standaardadditiemethode vrijwel onmogelijk. Wel mogelijk blijkt om de storende component vooraf vast te stellen en aan de standaardreeks toe te voegen. Op deze wijze kan een redelijke schatting van de optredende fout voor de formaldehydeconcentratie gemaakt worden, zodat toch een vrij betrouwbare indruk omtrent de werkelijke concentratie verkregen wordt. De bepalingsgrens zal, bij 10-voudige verdunning van de voedingsoplossingen, ongeveer 1 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$ bedragen.

De reactie van nitraat met chromotroopzuur geeft een geel gekleurd complex dat maximale absorptie vertoont bij een golflengte van 371 nm. Bij deze golflengte blijkt formaldehyde ook van invloed op de nitraatconcentratie, zij het in veel mindere mate. De bepaling van nitraat op deze wijze blijkt voldoende betrouwbaar voor toepassing bij de formaldehydebepaling.

Het formaldehydegehalte in voedingsoplossingen blijkt, afhankelijk van de concentratie, af te nemen na verloop van tijd. Vooral voor concentraties < 50 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$ is het noodzakelijk de monsters dezelfde dag of binnen 28 uur te meten. Een analysevoorschrift waarin de resultaten van dit onderzoek zijn verwerkt, is als bijlage 4 in dit verslag opgenomen.

4. Literatuur

Elderen, C.W. van : Onderzoek naar additieven aan steenwolmatten.
Intern verslag nr. 33, PTOG, 1985

Keijzer, W.F. : Bepalen van formaldehyde in lucht.
Werkdocument RYP, 1980

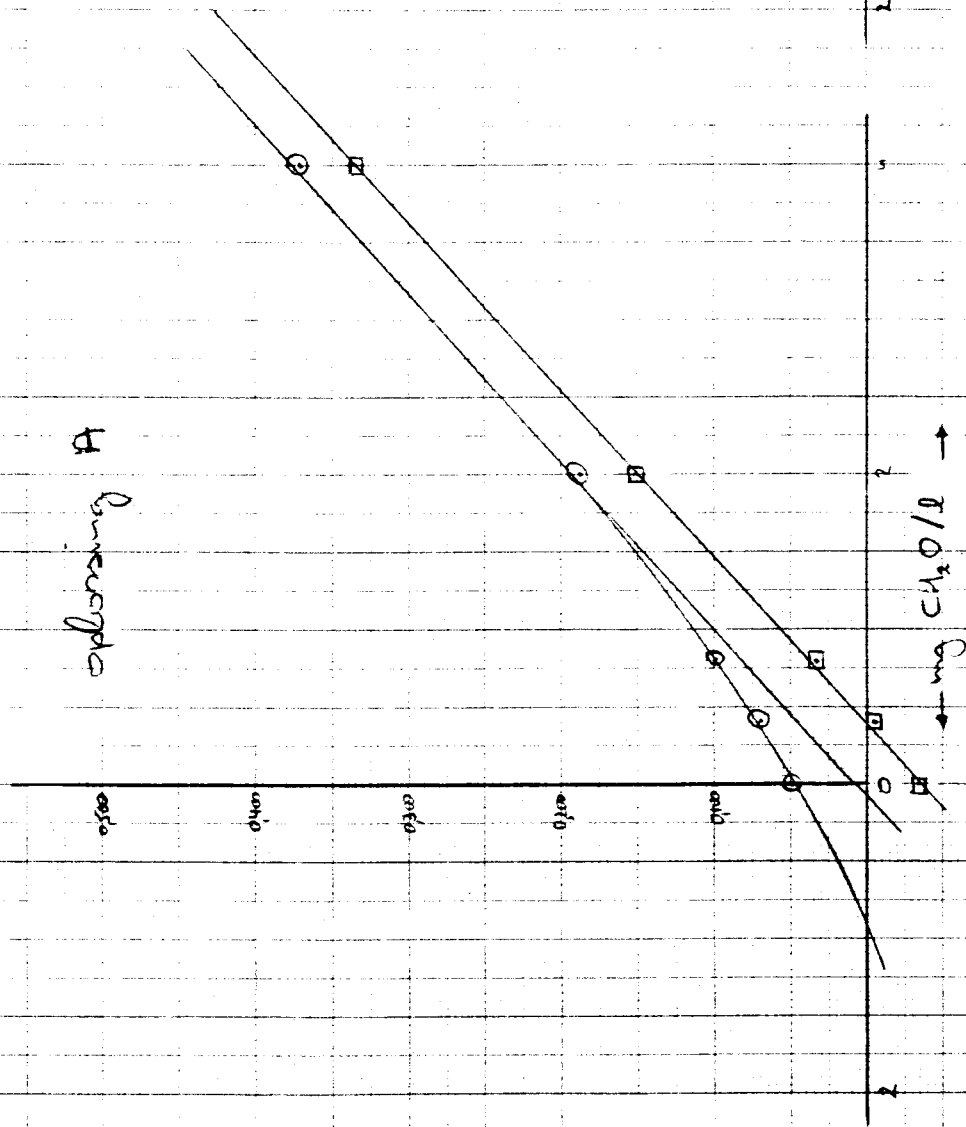
Weiss, F.T. : Chemical analysis. Volume 32. Determination of
organic compounds: methods and procedures.
Wiley-Interscience, New York, 1970.
p. 104-106

Figuur 1. Standardcurven van A en B oplossingen
 0 - 0,4 - 0,8 - 2,0 - 4,0 mg/l

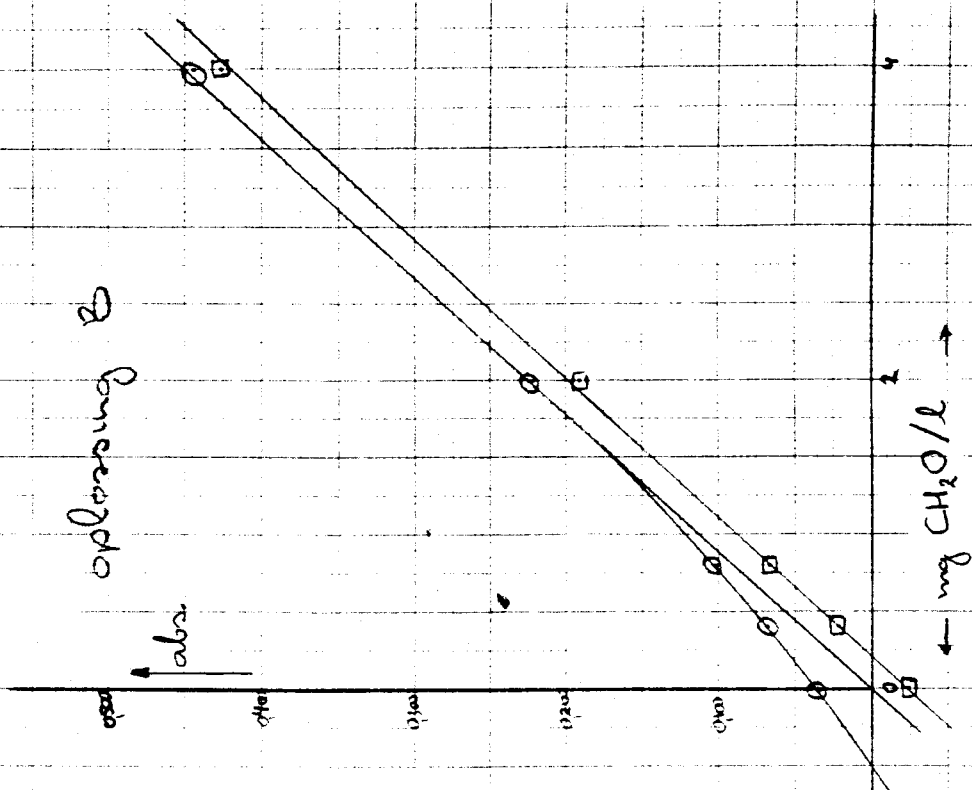
○ direct

□ met korrel, 2mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$

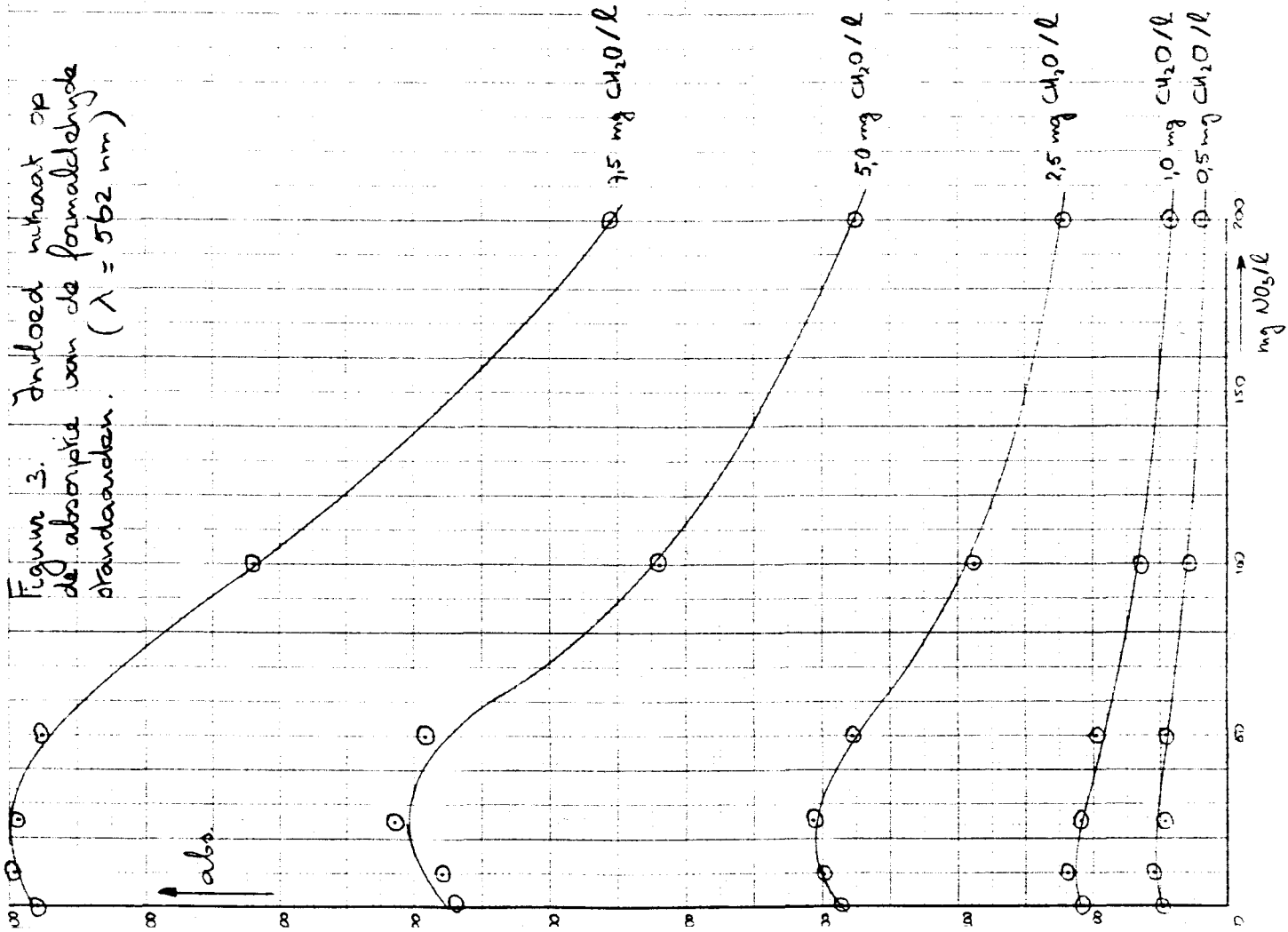
oplossing A



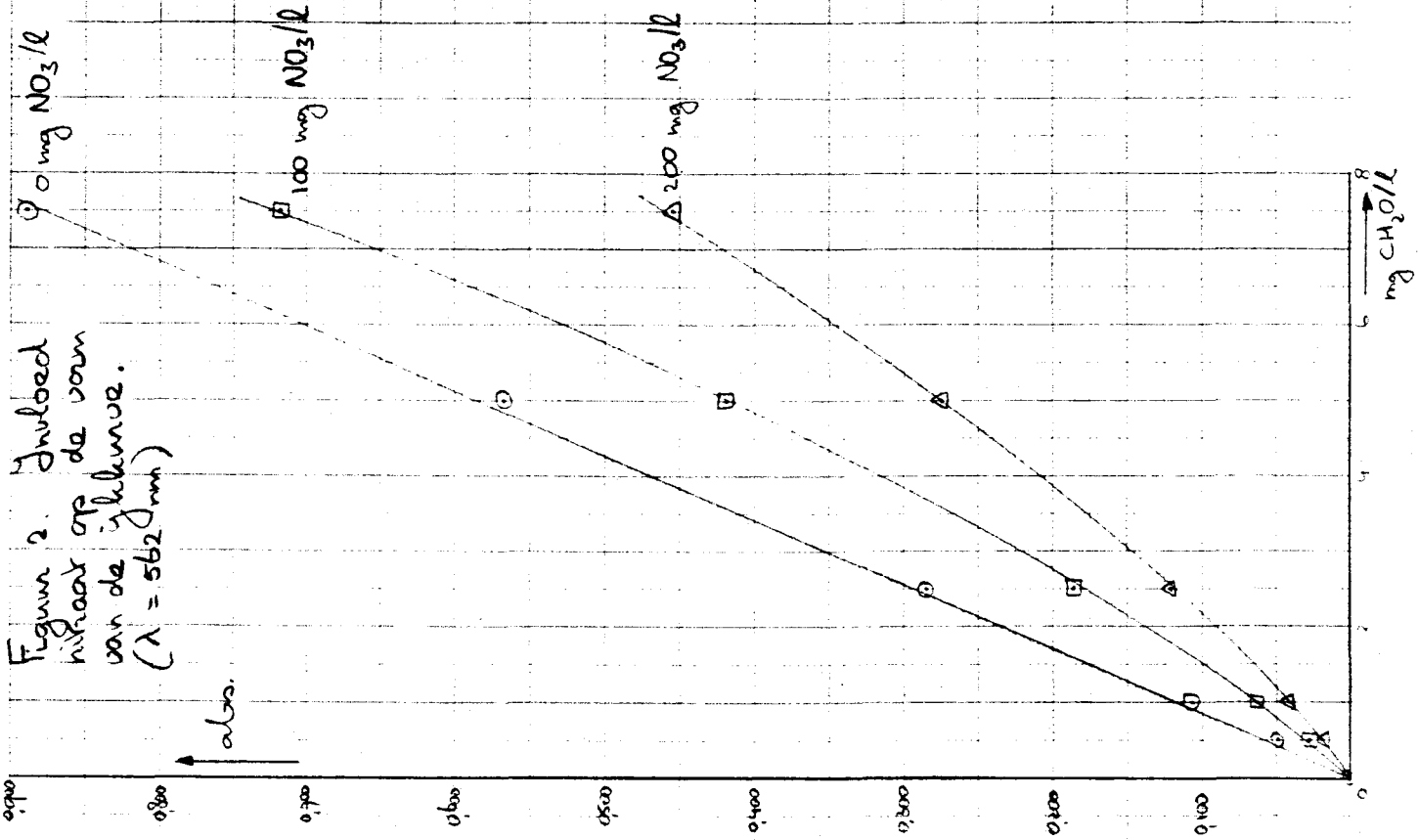
oplossing B



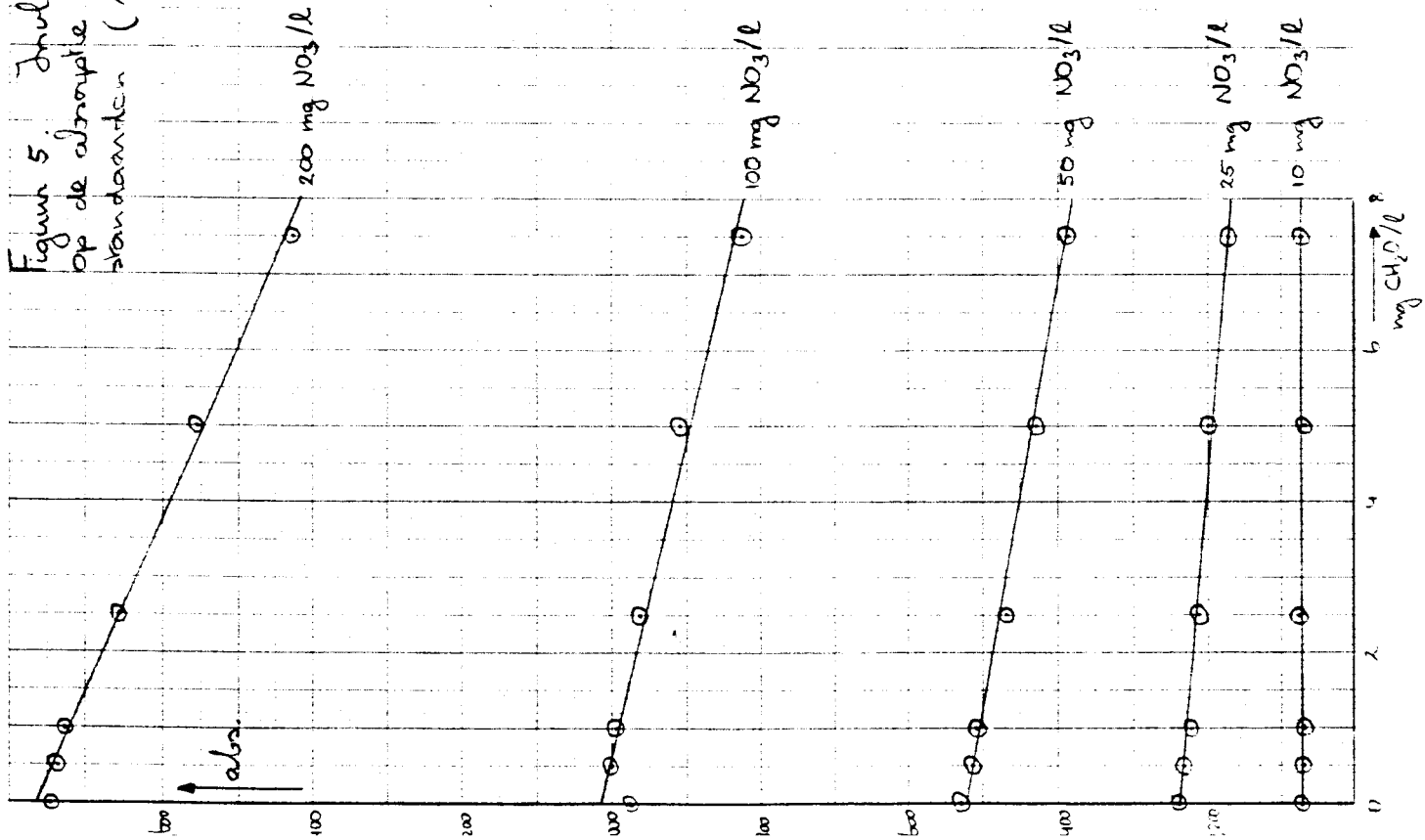
Figuur 3. Invloed uitlaat op de absorptie van de formalddehyde standaarden. ($\lambda = 562 \text{ nm}$)



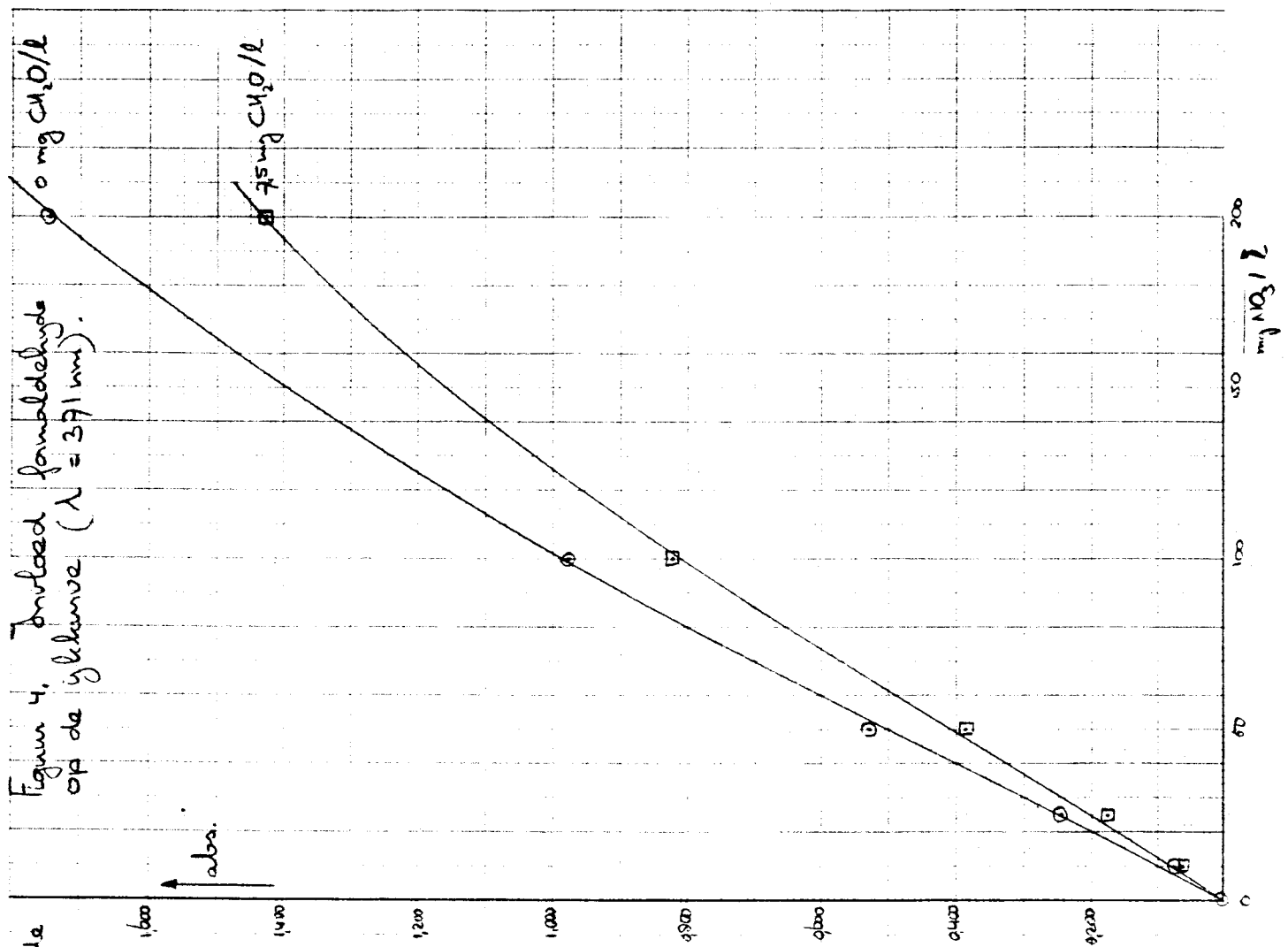
Figuur 2. Invloed uitlaat op de vorm van de ijkelcurve. ($\lambda = 562 \text{ nm}$)



Figuur 5. Invloed formaldehyd op de absorptie van de nitraatstandaarden ($\lambda = 371 \text{ nm}$).



Figuur 4. Invloed formaldehyd op de y-keur ($\lambda = 371 \text{ nm}$).



FORMALDEHYDE BEPALING in waterige oplossingen.

Reagentia

formaldehyde voorraadoplossing, Merck no. 4003

- $\rho = 1,08-1,09$, minst. 37%, ca 400 g $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$

chromotroopzuuroplossing, 0,4% in H_2SO_4 .

- los 4,0 chromotroopzuur op in 100 ml ged. H_2O . Filtreer over Whatman no 540.

- voeg 700 ml H_2SO_4 gek. toe aan 300 ml ged. H_2O .
(voorzichtig onder afkoelen!)

- voeg de H_2SO_4 oplossing bij de chromotroopoplossing.
Bewaren in bruine fles.

tussenstandaardoplossing I, ca. 2000 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$.

- 5,0 ml voorraadoplossing aanvullen tot 1,0 l met ged. H_2O .

tussenstandaardoplossing II, ca. 50 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$.

- 5,0 ml tussenstandaardoplossing I aanvullen tot 200,0 ml met ged. H_2O .

standaardreeks, 0,5 - 7,5 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$.

- 0,5 mg $\text{CH}_2\text{O}/\text{l}$: 1,0 ml tussenstandaardoplossing II aanvullen tot 100,0 ml met ged. H_2

- 1,0 " : 2,0 ml "

- 2,5 " : 5,0 ml "

- 5,0 " : 10,0 ml "

- 7,5 " : 15,0 ml "

Uitvoering van de analyse

Pipetteer van de standaarden en monsters 2,0 ml. Voeg toe 8,0 ml chromotroopzuuroplossing. Mengen! Plaats de buizen in een kokend waterbad gedurende 30 minuten; afschermen van licht.

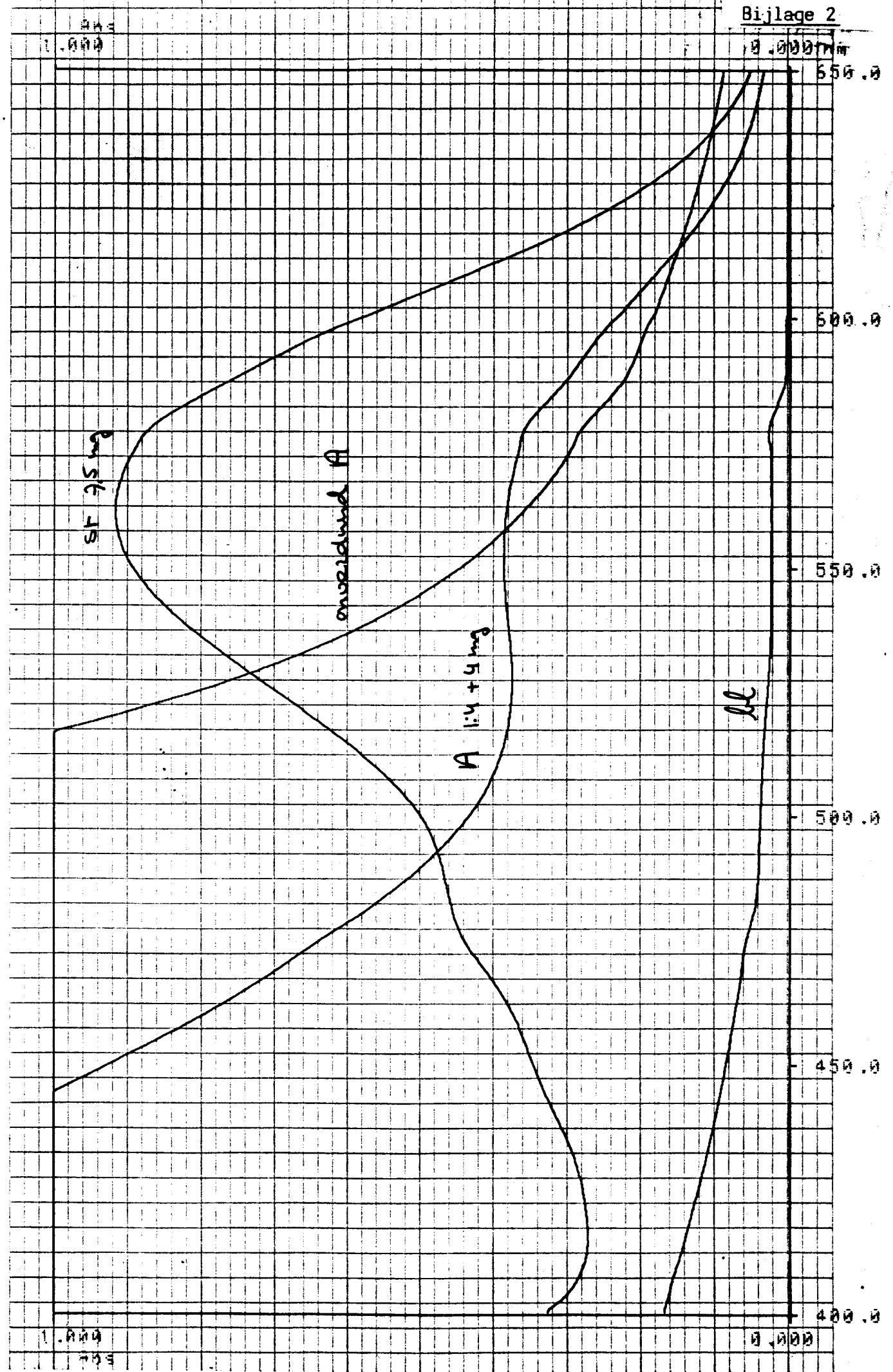
Na afkoelen de kleurintensiteit meten bij 562 nm ten opzichte van de blanco.
Het gevormde complex is enige uren stabiel.

Berekening

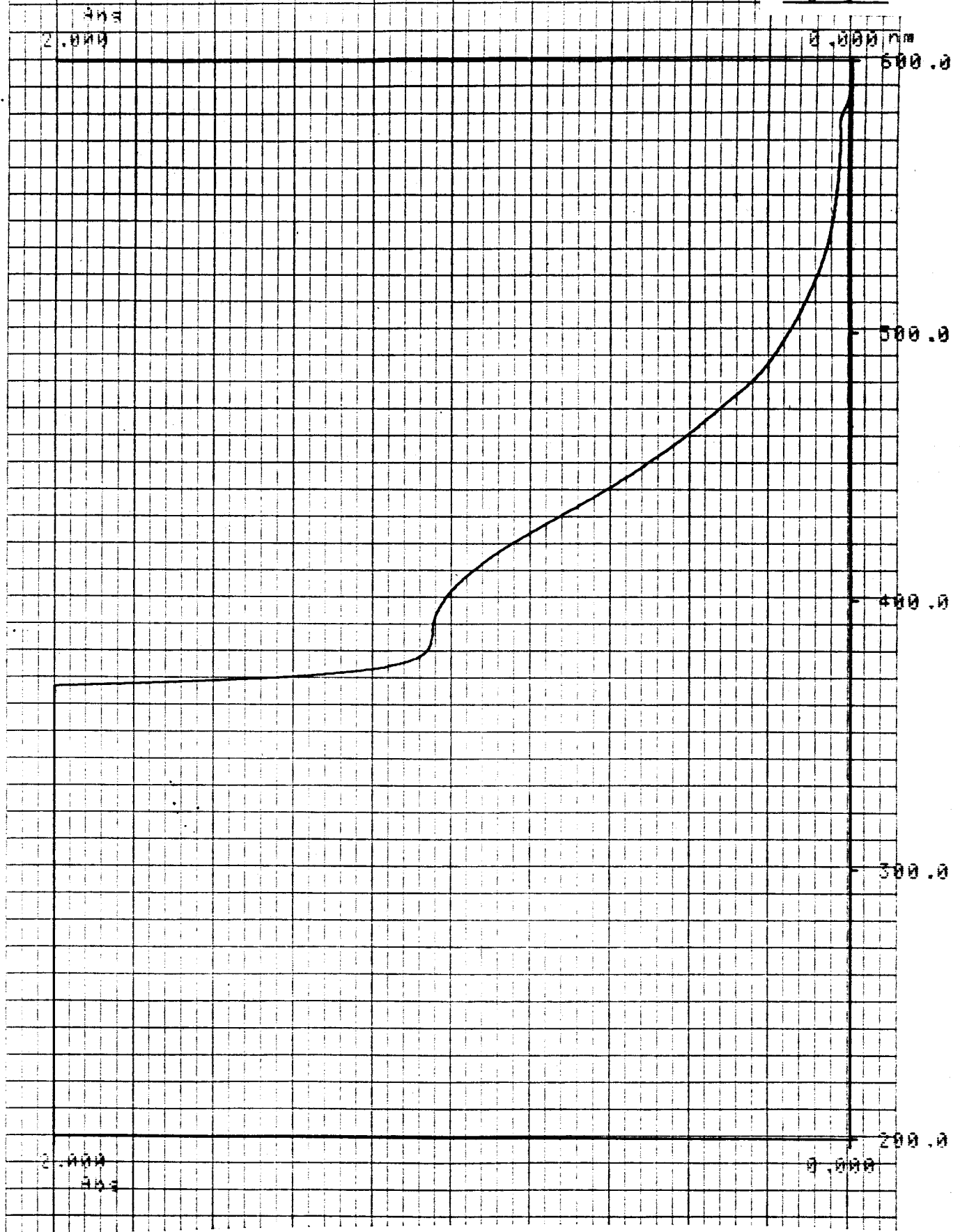
De via de standaardcurve verkregen resultaten staan direkt uitgedrukt in mg formaldehyde per liter.

Resultaten opgeven in één decimaal.

N.B. De juiste concentratie van de voorraadoplossing dient jodometrisch bepaald te worden.



Absorptiecurve van enkele oplossingen die formaldehyde en/of nitraat bevatten.



Absorptiecurve van nitraatstandaard na reactie met chromotroopzuur.

FORMALDEHYDEBEPALING in waterig milieu

Principe

Formaldehyde reageert met chromotroopzuur bij 100°C in sterk zwavelzuur tot een paars gekleurd complex, hetgeen spektrofotometrisch wordt gekwantificeerd bij $\lambda = 562$ nm. Aangezien eventueel aanwezig nitraat de bepaling stoort, dient de concentratie hiervan vooraf bekend te zijn. Nitraatconcentraties kleiner dan 1 mmol per liter zijn verwaarloosbaar. Nitraatconcentraties groter dan 1 mmol per liter dienen zo mogelijk door verdunning verwaarloosbaar klein te worden gemaakt of in dezelfde mate aan de formaldehydestandaarden te worden toegevoegd. Voor een schatting van de nitraatconcentratie in de te analyseren monsters kan van hetzelfde reactiemechanisme worden uitgegaan. Er ontstaat dan een geel gekleurd complex dat bij $\lambda = 371$ nm spektrofotometrisch kan worden gekwantificeerd. Uiteraard stoort in dit geval het aanwezige formaldehyde, zij het in geringere mate, zodat deze wijze van nitraat bepalen uitsluitend ter indicatie van het concentratieniveau kan worden toegepast.

Reagentia

Chromotroopzuuroplossing, 0,4% in H_2SO_4 , $C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$.

Los op 4,00 gram chromotroopzuur p.a. in 100 ml ged. H_2O .

Filtreer over middel snel, gehard, filtreerpapier.

Voeg, onder afkoelen, 700 ml H_2SO_4 96% p.a. toe aan 300 ml ged. H_2O .

Voeg deze zwavelzuuroplossing voorzichtig bij de chromotroopzuuroplossing. Bewaren in bruine fles.

Formaldehydeoplossing, circa 400 gram HCOH per liter; p.a.

1 liter = 1,08 kg. Deze oplossing stellenvolgens bijlage A.

Tussenstandaardoplossing, circa 50 mg HCOH per liter.

Verdun 5 ml formaldehydeoplossing p.a. tot 1,0 liter met ged. H_2O en verdun hieruit weer 5 ml tot 200,0 ml met ged. H_2O .

Deze oplossing dagelijks vers bereiden!

Standaardoplossingen, ca. 0,5-7,5 mg HCOH per liter.

0,5 mg HCOH per liter: 5,0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 500,0 ml met ged. H_2O

1,0 mg HCOH per liter: 10,0 ml idem

2,5 mg HCOH per liter: 25,0 ml idem

5,0 mg HCOH per liter: 18,0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100,0 ml met ged. H_2O

7,5 mg HCOH per liter: 15,0 ml idem

Uitvoering van de analyse

Analyses binnen 28 uur na monsternamen verrichten.

Vooraf dient de nitraatconcentratie in het te analyseren monster bekend te zijn dan wel vastgesteld te worden.

Hiertoe kan worden volstaan met een schatting volgens bijlage B.
Monsters waarin nitraatconcentraties $\leq 1 \text{ mmol.l}^{-1}$ rechtstreeks analyseren.
Monsters waarin nitraatconcentraties $> 1 \text{ mmol.l}^{-1}$ zo mogelijk verdunnen met ged. H_2O totdat nitraatconcentraties $\leq 1 \text{ mmol.l}^{-1}$ of aan de formaldehyde-standaardoplossingen zoveel nitraat toevoegen als in het te analyseren monster aanwezig is.

Pipetteer van monsters en (aangepaste) standaardoplossingen 2 ml in reageerbuis. Voeg toe 8 ml chromotroopzuuroplossing. Mengen. Plaats reageerbuizen in kokend waterbad gedurende 30 minuten onder afschermen van licht. Koel af en meet de absorpties ten opzichte van blankobepaling bij $\lambda = 562 \text{ nm}$ binnen 3 uur.

Eventuele verdunningen verrichten met ged. H_2O als verdunningsvloeistof en opnieuw kleur ontwikkelen en zo nodig de standaardoplossingen aanpassen ten aanzien van nitraat.

Berekening

De via de ijklijn verkregen resultaten zijn uitgedrukt in mg HCOH per liter zodat

aflezing * verdunningsfaktor = mg HCOH per liter.

Resultaten opgeven op $0,1 \text{ mg.l}^{-1}$ nauwkeurig.

Bijlage A bij: FORMALDEHYDEBEPALING in waterig milieu

Een jodometrische gehaltebepaling van formaldehyde-oplossing

Reagentia

Natriumthiosulfaatoplossing, 0,1 M, p.a.

Los op 24,8 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 0,1 gram Na_2CO_3 tot 1,0 liter in ged. H_2O . Deze oplossing stellen op KJO_3 na drie dagen.

Kaliumjodaat, p.a. KJO_3

Kaliumjodide, p.a. KJ

Zetmeeloplossing, 0,5%

Los 0,5 gram zetmeel op, onder koken, in 10 ml ged. H_2O .

Zoutzuur, 1 M, p.a.

Verdun 80 ml HCl 38% p.a. tot 1,0 liter met ged. H_2O .

Natriumhydroxyde, 1 M, p.a.

Los op 40 gram NaOH p.a. in 1 liter ged. H_2O .

Jodiumoplossing, 0,05 M, p.a.

Los op 25 gram KJ p.a. in 35 ml ged. H_2O . Voeg toe 12,7 gram J_2 p.a. en los op onder roeren.

Filtreer over glaswol en vul aan tot 1,0 liter met ged. H_2O .

Bewaren in bruine fles.

Uitvoering van de bepaling

Stellen van natriumthiosulfaatoplossing 0,1 M

Weeg 125 mg KJO_3 p.a. nauwkeurig af en los op in 50 ml ged. H_2O . Voeg toe 2 gram KJ p.a. en los op. Voeg toe 10 ml HCl 1M en titreer het vrijgekomen J_2 onmiddellijk ten opzichte van zetmeel met de te stellen natriumthiosulfaatoplossing. Voer blankobepaling uit.

Berekening:

$$t = \frac{A}{(V_t - V_o) * 35,67}$$

waarin

t = titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -oplossing in mmol.l^{-1}

A = mg KJO_3 afgewogen

$V_t - V_o$ = ml getitreerd na correctie voor blankobepaling

1 mol $\text{KJO}_3 \rightsquigarrow$ 6 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Gehaltebepaling formaldehyde-oplossing

Verdun 50 ml formaldehyde-oplossing tot 1,0 liter met ged. H_2O .

Pipetteer 10,0 ml hiervan in kolf met ingeslepen stop.

Voeg toe 25,0 ml J_2 0,05 M. Voeg toe 8 ml NaOH 1 M en titreer met $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M ten opzichte van zetmeeloplossing. Voer tevens blankobepaling uit met 25,0 ml J_2 0,05 M.

Berekening

$$\frac{(V_o - V_t)}{1000} * t * 30 * \frac{1}{2} * \frac{1000}{10} * \frac{1000}{5} \quad \text{ofwel}$$

$$(V_o - V_t) * t * 300 = \text{mg HCOH per liter}$$

waarin:

V_o = ml getitreerd bij blankobepaling

V_t = ml getitreerd bij analyse

t = titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -oplossing in mmol.l^{-1}

$1 \text{ mol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \propto \frac{1}{2} \text{ mol I}_2 \propto \frac{1}{2} \text{ mol HCOH}$

Bijlage B bij: FORMALDEHYDEBEPALING in waterig milieu

Een schatting van de nitraatconcentraties

Reagentia

Chromotroopzuuroplossing, 0,4% in H_2SO_4 , $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Los op 4,00 gram chromotroopzuur p.a. in 100 ml ged. H_2O .

Filtreer over middel snel, gehard filtreerpapier.

Voeg toe, onder afkoelen, 700 ml H_2SO_4 96% p.a. aan 300 ml ged. H_2O .

Voeg deze zwavelzuuroplossing voorzichtig bij de chromotroopzuuroplossing.

Bewaar in bruine fles.

Nitraathoofdstandaardoplossing, 100 mmol KNO_3 per liter.

Los op 10,1110 gram KNO_3 p.a. tot 1,0 liter in ged. H_2O , nadat het KNO_3 vooraf is gedroogd gedurende 1 uur bij 105°C .

Standaardoplossingen, 0 - 3 mmol NO_3 per liter.

0 mmol NO_3 per liter - 0,0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 500,0 ml met ged. H_2O

1 mmol NO_3 per liter - 5,0 ml idem

2 mmol NO_3 per liter - 10,0 ml idem

3 mmol NO_3 per liter - 15,0 ml idem

Uitvoering van de analyse

Filtreer de monsters over middel snel, gehard, filtreerpapier.

Monsters zo nodig vooraf verdunnen met ged. H_2O (voedingsoplossingen 10 maal).

Pipetteer 2 ml van (verdunde) monsters en standaarden in reageerbuis.

Voeg toe 8 ml chromotroopzuuroplossing. Mengen!

Meet na 10 minuten de absorpties van de meetoplossingen in een 1 cm-cuvet bij $\lambda = 371 \text{ nm}$ volgens het bij het instrument behorende meetvoorschrift.

Berekening

De via de ijklijn verkregen resultaten zijn uitgedrukt in mmol NO_3 per liter zodat,

aflezing * verdunningsfaktor = mmol NO_3 per liter.

Resultaten opgeven op $0,1 \text{ mmol.l}^{-1}$ nauwkeurig.